

HALOGEN-FREE THERMOPLASTIC ELASTOMER COMPOSITION AND MANUFACTURE

Patent number: JP63175047
Publication date: 1988-07-19
Inventor: ASHIYOTSUKU MOHAN ADAAA; DEBITSUDO
JIYOSEFU ANJINI; CHIYAARUZU DEINZU
SHIETSUDO
Applicant: BP CHEM INT LTD
Classification:
- **International:** C08K3/00; C08L101/00; H01B3/30; H01B3/44;
C08K3/00; C08L101/00; H01B3/30; H01B3/44; (IPC1-
7): C08K3/10; C08L21/00; C08L101/00; H01B3/30
- **European:** C08K3/00P5; C08L101/00; H01B3/30; H01B3/44
Application number: JP19870336756 19871228
Priority number(s): US19860947994 19861231

Also published as:

EP0274888 (A1)
FI875590 (A)
BR8707119 (A)
PT86481 (B)
IE873315L (L)

BEST AVAILABLE COPY**Report a data error here**

Abstract not available for JP63175047

Abstract of corresponding document: **EP0274888**

A halogen-free filled elastomer blend composition, containing at least two elastomers from the group: elastomeric ethylene-propylene copolymers and terpolymers, polyamide elastomers, elastomeric polyesters, isobutylene polymers, polyurethane elastomers, acrylic elastomers, natural rubber, polybutadiene and polyisoprene, as minor components, and a flame-retardant halogen-free inorganic filler as the major component.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-175047

⑤ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和63年(1988)7月19日

C 08 L 21/00
C 08 K 3/10CAM
KCU

A-6845-4J ※審査請求 未請求 発明の数 3 (全16頁)

⑬ 発明の名称 無ハロゲン熱可塑性エラストマー組成物およびその製造方法

⑭ 特 願 昭62-336756

⑮ 出 願 昭62(1987)12月28日

優先権主張 ⑯ 1986年12月31日 ⑰ 米国(US) ⑱ 947994

⑲ 発 明 者 アショック モハン アメリカ合衆国ニュージャージー州ハケツツタウン、カーター テラス 106
 アダア
 ⑲ 発 明 者 デビッド ジョセフ アメリカ合衆国ニューヨーク州ソダス、サウス ジエネバ
 アンジニ ロード 5610
 ⑲ 出 願 人 ビービー ケミカルズ イギリス国エスダブリュ1ダブリュ オウエスユーー ロ
 リミテッド ンドン、バツキングナム パレス ロード 76, ベルグレイ
 ブ ハウス
 ⑲ 代 理 人 弁理士 浅 村 皓 外2名
 最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

無ハロゲン熱可塑性エラストマー組成物および
 その製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) (A) 難燃性、無ハロゲン、無機充填剤および

(B) エチレン-プロピレンコポリマーおよびタ
 ーポリマー、ポリアミド、ポリエステル、ポ
 リイソブチレン、ポリウレタン、アクリルポ
 リマー、天然ゴム、ポリブタジエン、ポリイ
 ソプレンまたは少なくとも2種のかようなエ
 ラストマーのポリマーセグメントを含むグラ
 フトコポリマーもしくはブロックコポリマー
 から成る群から選ばれる少なくとも2種のエ
 ラストマー

から成る組成物であり、該組成物中における(A)の
 重量%が(A)および(B)の合計重量の少なくとも50%
 であることを特徴とする無ハロゲン熱可塑性エラ
 ストマー組成物。

(2) 前記の無機充填剤が、水和マグネシア、アル

ミニウム三水和物、水和珪酸カルシウム、クレー、
 タルク、炭酸塩、水和物、酸化物、他の珪酸塩、
 窒素/磷組成物およびそれらの混合物から成る群
 から選ばれる特許請求の範囲第1項に記載の組成
 物。

(3) 前記の充填剤の割合が、50～75重量%の
 範囲内である特許請求の範囲第1項または第2項
 に記載の組成物。

(4) 成分(A)および(B)に加えて、前記の組成物に
 15重量%より多くない量で添加剤が含まれる特
 許請求の範囲第1項～第3項の任意の1項に記載
 の組成物。

(5) 前記の2種の選ばれたエラストマーの比が、
 重量部で、それぞれ約95:5～50:50と変
 化する特許請求の範囲第1項～第4項の任意の1
 項に記載の組成物。

(6) 前記の組成物をその最終付形物に加工後に熱
 硬化性に転化させるための十分な硬化剤を含有す
 る特許請求の範囲第1項～第5項の任意の1項に
 記載の組成物。

(7) 実質的に完全に硬化させるのに必要な量の1～90%の量でエラストマー硬化剤を含有する特許請求の範囲第1項～第5項の任意の1項に記載の組成物。

(8) 前記の無機充填剤が、水和マグネシアであり、そして、前記の2種のエラストマーが、アクリル系エラストマーおよびエチレン-プロピレン-ジエンエラストマーである特許請求の範囲第1項～第7項の任意の1項に記載の組成物。

(9) 前記の無機充填剤がアルミニウム三水和物であり、そして、前記の2種のエラストマーが：

- (i) アクリル系エラストマーおよびポリエステルエラストマー、
- (ii) エチレン-プロピレン-ジエンエラストマーおよびポリエステルエラストマー、
- (iii) ポリエステルエラストマーおよびポリアミドエラストマー、または、
- (iv) ポリアミドエラストマーおよびエチレン-プロピレン-ジエンエラストマー

である特許請求の範囲第1項～第7項の任意の1

項に記載の方法。

(10) 前記の熱可塑性エラストマー組成物を、高エネルギーマイクロ波または紫外線輻射を使用して該組成物を照射することによつて少なくとも部分架橋させる特許請求の範囲第1項に記載の方法。

(11) 前記の充填剤およびエラストマーを、前記の組成物を熱硬化性に転化させるのに十分なエラストマー硬化剤と混合し、該組成物を最終付形物に加工し、次いで、該組成物を硬化させてそれを熱硬化性に転化させる特許請求の範囲第1項に記載の方法。

(12) 難燃性、無ハロゲン、無機充填剤、および

(13) エチレン-プロピレンコポリマーおよびターポリマー、ポリアミド、ポリエステル、ポリイソブチレン、ポリウレタン、アクリルポリマー、天然ゴム、ポリブタジエン、ポリイソプレン、または少なくとも2種のかようなエラストマーのポリマーセグメントを含むグ

ラフトコポリマーもしくはブロックコポリマーから成る群から選ばれる少なくとも2種のエラストマー

を互に混合するに際し(A)の重量%が(A)および(B)の合計重量の少なくとも50%となる様に混合することを特徴とする無ハロゲン、熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

(14) 難燃性、無ハロゲン、無機充填剤、および、
(B) エチレン-プロピレンコポリマーおよびターポリマー、ポリアミド、ポリエステル、ポリイソブチレン、ポリウレタン、アクリルポリマー、天然ゴム、ポリブタジエン、ポリイソプレンまたは少なくとも2種のかようなエラストマーのポリマーセグメントを含むグラフトコポリマーもしくはブロックコポリマーから成る群から選ばれる少なくとも2種のエラストマー

を互に混合するに際し(A)の重量%が(A)および(B)の合計重量の少なくとも50%となる様に混合することを特徴とする無ハロゲン、熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

(15) 実質的に完全に硬化させるのに必要な量の1～90%の量でエラストマー硬化剤を、前記の充

ラフトコポリマーもしくはブロックコポリマーから成る群から選ばれる少なくとも2種のエラストマー

から成る押出被覆層であり、(A)の重量%が(A)および(B)の合計重量の少なくとも50%である難燃性ジャケットを有することを特徴とする電線またはケーブル。

3. 発明の詳細な説明

本発明の背景

1. 本発明の分野

本発明は、難燃性であり、そして、充填剤とエラストマーの合計重量の少なくとも50%の量で無機充填剤を含有する無ハロゲン、充填剤添加エラストマー配合組成物に関する。

2. 従来技術の説明

「エラストマー」は元の長さの少なくとも2倍の長さに伸びることができ、そして、伸長に及ぼす力を解放したとき急速にはば元の長さに収縮することができるゴム状ポリマーである。エラストマーは、ASTM D 638-72の方法を使用して、

室温で未架橋状態で約10,000 psi (68.95 MPa) またはそれ以下の弾性率および通常200%以上の伸びを有する。

「熱可塑性」物質は、加熱したときは繰返し軟化し、流動性になり、そして、室温に冷却したときは硬い状態に戻る線状または分枝ポリマーである。熱可塑性物質は、一般に、ASTM D638-72の方法を使用して10,000 psi (68.95 MPa) 以上の弾性率を有する。これに加えて、熱可塑性樹脂は、軟化状態にまで加熱されたとき任意の予め定められた形状の物品に成形または押出すことができる。

「熱硬化」または加硫ゴムは、熱を受けたとき流れまたは軟化することがない架橋ポリマーである。

「充填剤」の用語は、組成物の価格を低下させ、かつ、難燃性の付与、組成物に剛性または他の改良のような追加特性を付与する無機または有機物質のような添加剤に使用される。

熱可塑性エラストマー (TPEs) は、エラスト

Elastomer」Rubber World、59～64頁、1970年10月に記載のようにグラフト重合によつて製造される。

熱可塑性物質とエラストマーとを配合してTPEを製造する他の例は、Coranに発行されたU.S.P. 4,130,535およびU.S.P. 3,806,558に開示されている。

タルク、雲母、二酸化チタン、炭酸カルシウム、水酸化アルミニウムのような充填剤を約40重量%未満の少量使用して価格の低減または生成物に剛性を付与することは周知である。例えば、Shichman等のU.S.P. 3,965,055には、樹脂粒子がゴム中に分散されているゴム-樹脂混合物から製造された加硫ゴムが開示されている。カーボンブラック、クレイ、水和シリカのような他の改質用または配合成分も、所望ならばゴムおよび樹脂中に配合できる。しかし、この組成物は定義によつて熱可塑性でなく熱硬化性である加硫ゴムが得られる。

Coran等に発行されたU.S.P. 4,327,199

マーの性質を有するが熱可塑性樹脂のように加工できる物質の族である。TPEsは一般に、2種のポリマーの特定のブロック共重合またはグラフト重合もしくは2種のポリマーの配合によつて製造される。各々の場合、熱可塑性エラストマーは、一方が熱可塑性であり、他方がエラストマー性である少なくとも2種のセグメントを含有する。

ブロック共重合TPEの一例は、

U.S.P. 3,792,127に開示されており、同特許にはスチレンとブタジエンとのブロック共重合が開示されている。このTPEはポリスチレンブロックとポリブタジエンブロックとから成る。ポリスチレンはそれ自体が熱可塑性であり、一方ポリブタジエン自体はエラストマーである。同様にTPEsは、Holden等のU.S.P. 3,265,765およびエラストマーセグメントであるポリイソプレンを熱可塑性物質であるポリエチレンにグラフトすることによつて製造された熱可塑性エラストマーが開示されているHartman等の論文「Butyl Grafted to Polyethylene Yields Thermoplastic

には、熱可塑性、結晶性ポリエステルとの配合によつて得られる中和した酸含有アクリルコポリマーゴムから成る熱可塑性組成物が開示されている。この組成物の性質は、カーボンブラック、シリカ、二酸化チタン、顔料、クレイなどのような他の成分の添加によつて改質できる。充填剤の典型的の添加は、ゴム100重量部当り約15～80重量部充填剤と変化しうる。かように、充填剤は全組成物の小部分(13～44%)である。

三酸化アンチモンおよび塩素化または臭素化合物のような若干の充填剤は、難燃性のような追加の性質を付与するために使用される。例えば、Clarkeに発行されたU.S.P. 4,275,180には、エラストマーおよび熱可塑性ポリマーがハロゲン含有物質を実質的に含まないようなエラストマーと熱可塑性ポリマーとの架橋性または架橋配合物が開示されている。しかし、Clarke特許の実施例のすべてに塩素化または臭素化合物のいずれかが含まれている。従つて、全体の組成物は高温および(または)裸火に当たったとき塩化水素

酸ガスおよび他の毒性、かつ、有害な蒸気を発生するハロゲン含有化合物を含有する。これら蒸気のため、この組成物は高層建築、軍用および宇宙乗物のような密閉空間における適用には不適当である。さらに Clarke の配合物には、通常 40 重量%を超えない少量の充填剤しか含まれていない。

Pedlow に発行された U.S.P. 4,108,962 には、ポリオレフィン絶縁材料の被覆に使用される難燃性外部テープ被覆が開示されている。テープ組成物の樹脂状基剤物質は、ハロゲン含有熱可塑性物質でもよい。

本発明の概要

本発明は、

- (A) 難燃性、無ハロゲン、無機充填剤、および
- (B) 次の群：エラストマー状エチレン-プロピレンコポリマーおよびターポリマー、ポリアミドエラストマー、エラストマー状ポリエステル、イソプレンポリマー、ポリウレタンエラストマー、天然ゴム、ポリブタジエンおよびポリイソプレン

エラストマー組成物は、累積的に全組成物の 50 重量%未満を占める小量成分としての少なくとも 2 種のエラストマーおよび主要成分としての難燃性、無ハロゲン、無機充填剤および硬化剤から成る。この組成物はポリプロピレンまたはポリステレンのような慣用の熱可塑性ポリマーを含まないことに留意することが重要である。この組成物は次の特徴を有する：

- (i) 極く少量の有害ガスしか含まない低煙性；
- (ii) 難燃性；
- (iii) 熱可塑性状加工適性；および、
- (iv) すぐれた機械的性質。

本組成物の主要成分である無ハロゲン、無機充填剤には、水和マグネシア、アルミニウム三水和物、水和珪酸カルシウム、クレー、タルク、炭酸塩、水和物、酸化物、他の珪酸塩、無害ガスを発生するかおよび（または）低煙性である窒素/燐含有添加剤並びに本明細書の参考になる Rubber World Magazine Blue Book の 253～263 頁（Lippincott および Peto 1984）に掲載され

または少なくとも 2 種のかようなエラストマーのポリマーセグメントを含むグラフトコポリマーまたはブロックコポリマーから選ばれる少なくとも 2 種のエラストマー

から成る組成物であり、該組成物中における(A)の重量%が(A)および(B)の全重量の少なくとも 50%であることを特徴とする無ハロゲン、熱可塑性エラストマー組成物に関する。

好ましくは、少量添加剤として組成物中に含まれる酸化防止剤、離型剤、カーボンブラックおよび他の添加剤は、累積的に全組成物の 15 重量%を超えない。

組成物は所望によつて、熱可塑性エラストマーを動力学的に硬化させるのに普通に使用される方法によつて部分架橋させて製造できる。組成物はまた、その最終的付形物に成形または押出後に公知の方法によつて高度に、または完全架橋させることもできる。

好ましい態様の説明

本発明の好ましい態様によれば、無ハロゲンエ

ている他の好適な充填物質が含まれる。

各特定の用途に所望される性質の組合せを得るために 1 種またはそれ以上の充填剤が使用できる。

充填剤としてアルミニウム三水和物または水和マグネシアを使用するときは、本発明の組成物は高い極限酸素指数（LOI）を有し、そして、また、実質的に目で見える煙を出さずに燃焼する。低煙発生と耐燃性との組合せは、建築および軍用車輛において有用である低煙性並びに難燃性ジャケットを有する絶縁ケーブルのような多数の用途に極めて望ましい性質である。Great Lakes Chemical 社から販売されている Char-Gurd 329 のような窒素/燐添加剤は、過熱した状態で作用し、焰にさらされたとき保護性の膨張した炭を形成する。（Char-Guard は登録商標である）。この炭は発火源への長期かつ反復暴露に対してすぐれた保護となりそして、しばしば遭遇するドリッピング（dripping）問題を実質的に起こさない。全窒素/燐添加剤の低添加水準で難燃性試験の間、すぐれた保護が得られ、しかも、すぐれた機械的並

びに電気的性質が維持される。Char-Guard 329は、加工条件下でも安定であり、ポリマーから移動せず、そして、非常に低比重のポリマー系を生成する。

本発明における使用が好ましいエラストマーには：エラストマー状エチレン-プロピレコポリマーおよびターポリマー、ポリアミドエラストマー、エラストマー状ポリエステル、イソプレンポリマー、ポリウレタンエラストマー、アクリル系エラストマー、天然ゴム、ポリブタジエン、ポリイソプレンおよび次の追加要求事項を満足させる他のエラストマー（時々、ゴムと呼ばれる）である：

(i) ASTM D 638-72を使用し、未架橋状態で測定して10,000 psi (68.94 MPa) またはそれ以下の弾性率；

(ii) 0.01重量%未満のハロゲン含量；および

(iii) 加熱したとき0.1重量%より高いシアン化水素または一酸化炭素を発生しない。

最終用途特性の正しい組合せを得るために、2種またはそれ以上のエラストマーの使用が好まし

クレーまたは雲母またはアルミニウム三水和物のような充填剤の割合は、充填剤添加エラストマー配合組成物の約50~90%、好ましくは約50~75重量%の充填剤範囲である。ある場合には、若干のものが低煙特性および他の性質を付与することができる2種またはそれ以上の充填剤を含有させることが有利である。

充填剤添加エラストマー組成物を部分的、または完全架橋させるのに使用される硬化剤系には、有機過酸化物、硫黄、金属アルキレート、エポキシ、アミン、アジド、フェノール樹脂硬化剤、金属酸化物、キノン誘導体などが含まれる。

使用される硬化剤の特定の種類の種類は、ポリマーの特定の硬化部位並びに完成製品において所望される性質によつて決まる。特定の例は、Breslowに発行されたUSP. 3,284,421およびBreslow等が発行されたUSP. 3,297,674に開示されている。他の好適な硬化剤は、Encyclopedia of Chemical Technology、第17巻、第2版 (Interscience Publishers、1968)、

いが、ある場合には通常2種の別個のエラストマーとして存在するポリマーセグメントを含有するブロックコポリマーまたはグラフトコポリマーによつて1種のエラストマーで必要な性能特性が供給される。かようなエラストマーの例は、ポリブタジエンをグラフトさせたポリエステルエラストマーである。

2種のエラストマーの相対的割合は、所望の機械的性質および熱可塑性度の定性的判断規準である伸長性を得るために広い範囲にわたつて変化する。各エラストマー組合における好ましい比は、2種のエラストマーの「生強度」(green strength)のような基準、2種のエラストマーの引張弾性率の比、2種のエラストマーの溶解度パラメーターおよび硬化または架橋の程度に依存する。

選ばれたエラストマーの比は、重量部でそれぞれ約95:5~30:70と変化するが、好ましい比は重量比でそれぞれ約95:5~50:50と変化する。

Science and Technology of Rubber. F.R. Eirich 編集、第7章、291~335頁 (Academic Press 1978)、Rubber Technology. Maurice Morton 編集、第2章、19~50頁 (Van Nostrand Reinhold、第2版 1973) および Organic Peroxides、第1巻、Daniel Severn. (Wiley Interscience)、1970、および Fischer に発行された U.S. 再発行特許 3,151,800、カラム 3、26行~カラム 4、35行に記載されており、この開示は本明細書の参考になる。

使用するエラストマー硬化剤の量は、一般に、エラストマー組成物において所望される熱可塑性の程度に依存するであろう。部分硬化を得るためには、硬化剤は実質的に完全に硬化または架橋させるのに必要な量の約1~90%、好ましくは約5~75%、さらに好ましくは約10~40%と変化する。エラストマー硬化剤の正確な量は、エラストマーを二次加工する最終方法および最終用途に所望されるバランスのような因子を考慮に

入れて配合者によつて決定される。

限定量の硬化剤を使用する場合には、硬化剤、充填剤およびエラストマーを含有する配合物の混合温度は、使用される硬化剤の量の如何に拘らずそれが反応の間に実質的に消費されるように選定する。

高められた温度での耐変形性に所望の程度の改善が得られ、しかも熱可塑性としての加工性を有する充填剤添加エラストマー組成物は、適切量の硬化剤を有するものと考えられる。

実際の概略の目安として、硬化剤の有効活性化温度は少なくとも95%の硬化剤が分解して0.5分以内の時間に遊離基を生ずる温度と見做すことができる。充填剤添加エラストマー組成物の軟化点より高い活性化温度を有する硬化剤を選択するのが好ましい。

充填剤添加組成物の軟化点またはこれより低い活性化温度を有する硬化剤の使用も可能である。活性化温度は通常、240°F(116°C)以上、好ましくは約300°F(149°C)である。

動的部分架橋処理では硬化剤の作用を実質的に消耗するため、その後硬化がさらに進行する傾向は殆んどまたは全くない。動的部分工程の終りで、安定剤または酸化防止剤のような少量の遊離基掃去剤の添加によつて残留するすべての架橋剤の作用をさらに確実に停止させることが望ましい。

かような安定剤は、混練の最後の分あたりで添加、かつ混合できる。動的に部分硬化させた物質は混練機上で1回またはそれ以上の「リファインング」(refining)通過に処し、安定剤または酸化防止剤はリファインングの過程またはその直前に添加できる。

完全硬化は組成物の特徴を非可塑性に変化させるが、熱硬化性は本発明の付加部分である。この場合には熱可塑性組成物は、最終形状および形態に成形または押出し、次いで、硬化剤を活性化して、それを熱硬化性に転化させる。

エラストマー硬化剤は、単独または促進剤、活性剤、安定剤、遊離基掃去剤、連鎖延長剤および酸化防止剤のような補助物質との組合せで使用で

最高活性化温度は、普通は450°F(232°C)より高くなく、好ましくは400°F(204°C)より高くない。

2, 5-ビス(テ-ブチルパーオキシ)-2, 5-ジメチルヘキサシ(「過酸化物Ⅰ」)およびジクミルパーオキサイド(「過酸化物Ⅱ」)のよ

温 度 °F (°C)	トルエン中の半減期	
	過酸化物Ⅰ	過酸化物Ⅱ
240 (116)	21時間	10.2時間
270 (132)	2時間	1.75時間
335 (168)	約5分	約3分
360 (182)	47秒	22秒
390 (199)	7.2秒	3.6秒

上表の半減期とは対照的に、360°F(180°C)では過酸化物Ⅰおよび過酸化物Ⅱが約95%分解に達するにはそれぞれ約4分および1½分である。

きる。かような物質には、例えばアルドールα-ナフチルアミン、2, 2-4-トリメチル-1-1, 2-ジヒドロキノリン、ジフェニルアミンアセトン縮合物、オクチル化ジフェニルアミン、N-フェニル-N'-シクロヘキシル-p-フェニレンジアミン、2, 6-ジ-テ-ブチル-4-メチルフェノール、ステレン-レゾルシノール樹脂、o-クレゾールモノサルファイド、ジ-p-クレゾール-2-プロパン、2, 5-ジ-テ-アミルヒドロキノン、ジラウリル-3, 3'-チオジプロピオネートおよび同様なジアルキルチオジプロピオネートが含まれる。カーボンブラックのような着色剤も使用できる。

他の好適な添加剤は、Rubber: Natural and Synthetic, Stern. (Palmerton Publishing Company, New York, 1967)、特に244~256頁; Chemistry and Technology of Rubber, Davis and Blake (Reinhold, New York, 1937)に記載されている。

充填剤添加エラストマー配合物の部分硬化は、

該配合物を実質的に架橋硬化させるには不十分な量の硬化剤または架橋剤と接触させることによつて行うことができる。

完全硬化または架橋させるのに必要な量より少ない量のエラストマー硬化または架橋剤を確保するのに加えて、硬化温度、硬化時間のようなパラメーターも、配合物中に存在する硬化剤の完全活性化を確実にするため慎重に制御する。1種以上の硬化剤も使用できる。

充填剤添加エラストマー配合物の硬化温度は、約160~400°F(71~204℃)、好ましくは220~400°F(104~204℃)、最も好ましくは320~400°F(160~204℃)と変化しうる。硬化温度は配合物中に使用される特定のエラストマーの安定性によつて制限される。例えばアクリル系エラストマーとポリエステルエラストマーとの充填剤添加配合物は、約400°F(204℃)より高いかまたは約320°F(160℃)より低い温度で加工することはできない。400°F(204℃)より高い温度では、

の架橋作用をするから、必ずしも反応を密閉容器で行う必要はない。慣用の単段または多段スクリュウ押出機では補助装置を使用しないでも配合を行うことができ、この理由のため特に望ましい反応容器である。好適な他の装置にはゲルマツト(gelmat)ミキサー、ニーダー押出機、連続およびパツチミキサーが含まれる。

所望により少量のモノマーを導入して、必要ならば、若干のグラフトまたはコーグラフトポリマーを形成することによつて硬化の程度を増加させることもできる。いずれの場合でも、使用した装置に關係なく、「充填剤添加エラストマー配合物」を分離または利用する任意の方法または系統によつて配合生成物は回収できる、これらの回収には沈殿フラツフ(fluff)、ペレット、粉末などの形態並びにさらに配合したペレット、粉末などの形態または得られた充填剤添加配合物から直接形成された付形物品の形態における組成物の回収が含まれる。

充填剤添加エラストマー配合物の加工適性は、

アクリレートが分解し、分解ガスを発生する。約320°F(160℃)以下の温度では、この温度がポリマーの融点に近いためにポリエステルエラストマーが加工できない。

典型的の硬化時間は、使用する硬化系および温度によつて約1~3.0分、好ましくは約3~20分と変化しうる。動的部分硬化で必要とする時間は、配合物中に使用される特定のコポリマー、硬化剤の種類および量および部分硬化を行うときの時間のようなパラメーターによつて当然変化しうる。

動的部分硬化を最良に実施するためには、充填剤、エラストマーおよび硬化系を開放ロール練機またはBanburyミキサーまたは押出機ミキサー⁽⁹⁾のような密閉式ミキサーまたはトランスフアーミキサーで接触させればよい。

配合を行うために便利な方法は、成分を予備混合し、次いで、配合組成物を熱押出機を通して押出す。Brabenderミキサー、Banburyミキサー、ロール練機などのような他の混合手段もこの工程に使用できる。高められた温度では硬化剤も若干

実質的に顕著な欠陥のない表面仕上平滑度に関して試験片を検査することによつて異なる用途に対して評価することができる。非熱可塑性物質は、不規則な列理(grain)および不良な鮮明度を有し、同時に鮮鋭度に欠ける。これらの基準は定性的のものであるが、当業者であれば肉眼観察および手触りで満足な製品を不満足な製品から容易に識別することができる。

本発明の配合物の加工適性は、配合物の試料を押出、射出成形または圧縮成形のような成形操作に処することによつて評価できる。

押出はホース、窓シール、電線被覆、平らなシートなどのような長い連続形態を所望される場合に選ばれる付形方法である。押出物品が受入れられる表面平滑度を有することが重要である。押出適性は、ASTM D 2230によつて評価できる。

満足な射出成形のためには、充填剤添加配合物は金型中において均一な強度の均質物品を形成しなければならない。かようなエラストマー配合物の流れ粘度特性は、作業条件下で金型に確実に充

填するのに適している。

本発明の熱可塑性配合物から付形した物体のエラストマー性は、ASTM D-412によつて測定した低い破断点伸びによつて立証できる。

本発明の配合物の熱可塑性は、それらの加工適性、特に、反復押出後の所望の特性の保留によつて立証される。

本発明の配合物を加工する場合には、特に配合組成物の押出物の品質を向上させる見地から離型剤または潤滑剤を含ませることが有利である。この目的のために、ゴムまたはプラスチック加工において慣用的に使用されている任意の公知の潤滑剤が使用でき、一般に、充填剤添加配合物中のエラストマー100部当り約0.2～3重量部、好ましくは約0.5～1重量部と変化する量で使用される。

これに加えて、すべての配合物が安定剤パッケージを含有することが好ましい。安定剤系の量は、熱可塑性組成物の約0.5～5重量部、さらに好ましくは約1～3重量部と変化する。安定剤系中

剤系の第一成分は、Giba Geigy社からIrganox 1010 (Irganoxは登録商標名である)として入手できる、簡単には「テトラキスメタン」と呼ばれるテトラキス[メチレン3-(3', 5'-ジヒドロベンゾ-4'-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタンのような高分子量多官能性ヒンダードフェノールから成る。この高分子量多官能性ヒンダードフェノールは、酸化防止剤および熱安定剤としての作用をする。

安定剤系の第二成分は、二次酸化防止剤としての作用をするジラウリルジチオプロピオネート(「DLTDT」)のようなチオジプロピオン酸のアルキルエステルである。

安定剤系の第三成分は、置換ベンゾトリアゾールであり、該安定剤系において紫外線輻射に対してエラストマー配合物を保護する作用をする。

あるいはまた、Uniroyal社から入手できるNugard 455は安定剤系の一部として使用できる。これらの安定剤系は単に説明例にすぎず、本発明を限定するものではない。実際には、ポリマ

の安定剤の量は、特定のエラストマーおよび充填剤添加配合物の最終用途に依存するであろう。

例えば、水和マグネシア、アクリル系エラストマーおよびエチレン-プロピレン-ジエンエラストマーの典型的配合物においては、0.2%の、American Cyanamid社からのCyanox 1790のようなヒンダードフェノール酸化防止剤、0.2%のステアリン酸カルシウム、および0.2%の、Giba Geigy社のIrgaphos 168のようなホスファイト二次酸化防止剤を含有する安定剤が使用される。これに加えて、最終用途に戶外暴露を含む場合には、例えばAmerican Hoechst社からのヒンダートアミンであるHostavin N 20のような紫外線安定剤を0.3%で使用する。これらのすべての重量%は、エラストマーの重量に基づくものである。

水和アルミナ、アクリル系エラストマーおよびポリエステルエラストマーの他の典型的配合物において、3成分系安定剤が所望生成物を得る上で特別の適性を有することが見出されている。安定

剤の安定化用として当業者に一般的に公知の任意の安定剤系が使用できる。

本発明のエラストマー配合物は、単一操作または多段操作工程で製造できる。

単一工程操作においては、充填剤、エラストマーおよび硬化剤を所望比で、Banbury密閉ミキサー、トランスフアー型押出機ミキサー、押出機のような好適なミキサーまたは所望温度で配合物の有効な混練が可能な任意の装置に装入する。配合用装置は、加工温度範囲に達するのに必要な時間を減少させるために予熱することもできる。

配合物を次いで、混合を続けながら配合物の有効な部分硬化が行なわれるのに十分な時間加工温度に保持する。

加工の間、安定剤系を配合物と接触させ、そして、安定剤を配合物中に完全に配合し、残留するすべての硬化剤を失活させるための処理を短時間続ける。

多段工程法においては、選択したエラストマーおよび硬化剤を、部分硬化を行うのに好適な装置

に装入する。その後、部分硬化したエラストマーを他の選択したエラストマー、充填剤および必要に応じて他の成分と配合する。

前記したように、ポリマー組成物は無ハロゲンであるから、 HCl 、 HBr または他の有害ガスの発生の可能性は減少する。これに加えて、本発明の配合物には、安定剤、酸化防止剤、ラジカル除去剤、紫外線安定剤、加水分解防止安定剤、酸受容体、着色剤並びに顔料のような追加添加剤を好ましくは1.5%を超えない量、さらに好ましくは10%を超えない量で含有することができる。

本発明の組成物を架橋させる別法は、高エネルギー、マイクロ波または紫外線輻射を使用する方法である。完全硬化させるための輻射線量は、2~100 Mrads の範囲またはそれ以上であるが、4~60 Mrads の線量が好ましい。部分架橋用としては、配合物中の特定のエラストマーによつて、0.5~10 Mrads の線量が有効である。

ある場合には、架橋反応に役立つ共働剤 (co-agent) を架橋性ポリマー組成物に添加す

炭化水素流体および熱老化に対する耐性が要求される特別の用途に使用される。例えばこの組成物は電線およびケーブルのジャケット用物質として、および特に、自動車、軍用および宇宙用途におけるハーネス用 (harnessing) 材料として、並びにエレベーターシャフト、艦船並びに宇宙船、高層建築および火事の際毒性煙が災害となりうる場所におけるパネルおよびシートとして使用できる。

本発明の配合組成物は、次の性能特性の独特の組合せを有する：

I. 焰にさらされたとき、極く少量の有害ガスしか発生せず、煙は殆んどまたは全く観測されない；

II. 難燃性；

III. 組成物が充填剤およびエラストマーを含み、そして、慣用のポリエチレン、ポリプロピレンおよびポリステレンを含有しないにも拘らず熱可塑性状の加工適性；

IV. 特に引張および引裂性において著しく高い機械的性質。

ることも望ましいであろう。かような共働剤には通常、アルキルまたはアクリルエステルのような複数の不飽和基が含まれる。これらの作用方式は正確には判明していないが、これらの薬剤はポリマー主鎖上に最初に形成された遊離基と反応してさらに安定な遊離基を形成し、これがカップリング反応によつて連鎖分断反応より容易に架橋を形成するものと考えられている。

共働剤は、例えば、 N 、 N' -m (フェニレン)-ジマレイミド、トリメチロールプロパントリメチルアクリレート、テトラアリルオキシエタン、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、テトラメチレンアクリレートまたはポリエチレンオキサイドグリコールジメタクリレートである。共働剤の量は、好ましくはエラストマー組成物100部当り約5重量部まで、そして、好ましくはエラストマー配合物100部当り1~3重量部である。

本発明による充填剤添加エラストマー配合物は広い範囲の用途に使用でき、好ましい組成物は、

本発明の説明に役立つ次の拘束されない実施例において、別記しない限りすべてのパーセントはエラストマーおよび充填剤の重量を100%とした重量部である。硬化剤、離型剤、カーボンブラック、酸化防止剤などのような他の添加剤は、充填剤添加エラストマー配合物の重量に基づいて表わされる。

次の実施例の目的は、全部ではないにしても大部分の次の最小性質を併用する良品質のテープ、ブラック (plaque)、ストリップ、ワイヤーおよび他の物品に成形並びに押出できる熱可塑性の配合物を示す：

性 質	試験法	値
1. 引張強さ	ASTM D-412	>1000psi (6.89MPa)
2. 破断点伸び	ASTM D-412	>130%
3. 引裂強さ	ASTM D-470	>30lbs/in (52N/cm)
4. 硬さ (ショア-A)	ASTM D-2240	>75A
5. 極限酸素指数	ASTM D-2863	>30%
6. 煙試験	ASTM D-2863	殆んどまたは全く煙なし
7. 煙のガス分析	*	低危険性ガス

8. 全配合物に基づくハロゲン含量	計算による	ガス濃度 <0.1%
9. 圧縮成形を使用した成形適性	肉眼	良好な表面品質
10. 実験室押出機を使用した押出適性	肉眼	良好な押出適性
11. 煙発生試験	ASTM E662-83	<160
煙発生の煙光学密度の平均値		

* 試験番号7(煙のガス分析)は、Draeger比色管を使用して行つた。有害ガスの合計(HCN、NO_x、SO₂、H₂S、HCl、HBr、HFおよび全炭化水素)は有炎燃焼方式においては100ppm、そして、非有炎燃焼方式においては30ppmを超えてはならない。一酸化炭素に対しては、使用した基準は、有炎燃焼方式では最大1000ppm、そして、非有炎燃焼方式では300ppmであつた。

験をした。次の結果が得られた:

ハロゲン含量:	5.16%
引張強さ:	1798psi(12.4MPa)
破断点伸び:	500%
引裂強さ:	50.3lb/in(88.1 N/cm)
硬さ(ショアーA):	72 A
極限破壊指数:	22%

煙ガス分析: (ppm値)	ガス	有炎燃焼	非有炎燃焼
	HCN	26.0	14.8
	NO _x	41.2	8.0
	SO ₂	25.0	1.3
	H ₂ S	0.8	0.2
	HCl	31.2	20.3
	HBr	-	-
	HF	6.0	0.1
有害ガス合計		130.0	44.7
	CO	1068.0	719.0
煙発生試験:	有炎燃焼	227	
	非有炎燃焼	281	
	平均	254	

実施例1(比較例)

Clarkeに発行されたU.S.P. 4,275,180の実施例1に従つて、同特許のカラム7に記載されている次の成分および方法を使用し、組成物を配合した。

成 分	重量部	重量%
エチレンメチルアクリレートエラストマー	123	57.75
カーボンブラック	21	-
三酸化アンチモン	15	7.04
Dechlorane Plus 25 (塩素化難燃剤)	15	7.04
オクタデシルアミン (Crodamine IHTと同じ離型剤)	3	-
トリアリルシアヌレート	4	-
ブロックコポリマー	60	28.17
合 計	241	100.00

* 重量%には硬化剤、カーボンブラック、安定剤および離型剤は含めない。

製造後、組成物を押出し、次いで、12 Mradsで照射し、そして、機械的性質および煙分析の試

この実施例の配合は、低充填剤含量(14%)、高ハロゲン含量(5.16%)、低L.O.I.(2.2%)および燃焼させたとき高有害ガス発生率のため本発明の範囲外である。

実施例2(比較例)

U.S.P. 4,275,180の実施例3の配合を使用し、該実施例に記載の配合および方法を使用し、実験室Banbury密閉ミキサー中において組成物を製造した。

成 分	重量部	重量%
実施例1に使用したエチレンメチルアクリレートエラストマー	30	31.9
カーボンブラック	2	-
三酸化アンチモン	6	6.4
デカルプロモジフェニルエーテル	12	12.8
オクタデシルアミン (Crodamine IHTと同じ離型剤)	0.375	-
トリアリルシアヌレート	1	-
Irganox 1010	0.375	-

炭酸カルシウム	16	17.0
上記特許の実施例3において		
使用した Hytrel 熱可塑性		
エラストマー	30	31.9
安定剤	2.25	-
*重量%には硬化剤、カーボンブラック、安定剤および離型剤は含めない。		
混合物をゴムロール練機上に置き、圧縮成形ブラックを製作し、12 Mrads で照射した。次の結果が得られた：		
ハロゲン含量：	10.25 %	
引張強さ：	1658psi(11.4MPa)	
破断点伸び：	5.75 %	
引張強さ：	52.0lb/in(91.1 N/cm)	
ショアー硬さ：	84 A	
極限酸素指数：	21 %	

離型剤、カーボンブラックまたは硬化剤を含有しない)を使用して充填剤添加エラストマー配合物を製造した：

成 分	重量%
(a) 0.8 mmの中粒度および4 m ² /gの BET 表面積を有するアルミニウム三水和物 (ATH)	52.9
(b) 20%のシリカを含有し、6.40 %の伸びおよび212下で30 ML (H-4)のムーニー粘度を有する エチレン-メチルアクリレートエラストマー	33.5
(c) 比重1.18、硬さ40Dおよび170 %の伸びを有するセグメント化ポリリエステルエラストマー	13.6
合 計	100.0

実験用 banbury 中において配合物を製造した、この配合物には2.63重量%のカーボンブラック、0.58重量%のビニルシラン、0.39重量%の安定剤パッケージおよび1.74重量%のトリアリル

煙ガス分析：
(ppmによる値)

ガ ス	有炎燃焼	非有炎燃焼
HCN	8.5	12.0
NOx	35	8.0
SO ₂	0.0	0.0
H ₂ S	0.6	0.0
炭化水素	95.0	125.0
HCl	2.5	5.7
HBr	88.5	35.0
HF	1.7	0.2
全有害ガス	231.8	185.9
CO	871.0	444.0
煙発生試験：	有炎燃焼	147
	非有炎燃焼	167
平 均	157	

この実施例の配合物は、低充填剤含量(36.2%)、高ハロゲン含量(10.25%)、低L.O.I.(21%)および燃焼したときの高い有害ガス発生のため、本発明の範囲外である。

実施例3

次の成分(全重量は%であり、そして、安定剤、

シアモレートも含有した。安定剤パッケージは、各1部の Irganox 1010 および Tinuvin 327 を4部の DLTDP に加えたものから成っていた。次いで、この配合物をストリップに圧縮成形し、そして、テープに押出し、次いで15 Mrad の電離線で照射した。次の結果が得られた：

試 験	
引張強さ：	1904psi(13.13MPa)
破断点伸び：	200 %
引張強さ：	471lb/in(82.3N/cm)
ショアー硬さ：	89 A
極限酸素指数：	34 %
煙試験：	非常に少ない煙
ハロゲン含量：	0.0067 %
煙発生試験：	有炎燃焼 37：非有炎燃焼 154；
平 均	95.5

煙ガス分析： (ppmによる値)	ガス	有炎燃焼	非有炎燃焼
	HCN	6.2	4.0
	NOx	37.2	0.0
	SO ₂	0.0	0.0
	H ₂ S	0.7	0.0
	炭化水素	46.0	11.7
	HCL	2.7	3.3
	HBr	0.0	0.0
	HF	0.1	0.1
	全有害ガス	92.7	19.1
	CO	875.0	269.0

実施例 4

次の成分を含有する充填剤添加エラストマー配合物を大型 Banbury で製造した(全重量は%であり、そして、カーボンブラック、硬化剤、安定剤または離型剤は含めない)。

成 分	重量%
(a) 実施例 3 で使用したのと同じアルミニウム三水和物 (ATH)	53.8

極限酸素指数： 32 %
 煙 試 験： 煙なし
 ハロゲン含量： 0.00786 %
 成形適性： 優秀
 燃発生試験：有炎燃焼 153；非有炎燃焼 152；
 平均 152.5

煙ガス分析： (ppmによる値)	ガス	有炎燃焼	非有炎燃焼
	HCN	1.0	1.2
	NOx	0.1	0.0
	SO ₂	0.0	0.0
	H ₂ S	0.7	3.3
	炭化水素	245.0	18.3
	HCL	3.8	2.5
	HBr	0.0	0.0
	HF	0.2	0.1
	全有害ガス	256.8	25.4
	CO	767.0	208.0

実施例 5 および 6

下記のようにわずかに異なる比率を使用して実施例 4 と同様な方法によつて配合物を製造した。

(b) 実施例 3 で使用したのと同じポリ

エステルエラストマー 15.4

(c) 実施例 3 で使用したのと同じエチ

レンアクリレートゴム 30.8

合 計 100.0

この配合物も、7.24%のカーボンブラック、0.27%の、離型剤としてのビニルシラン、0.47%の、実施例 3 に使用した安定剤パッケージおよび 0.15%の、硬化剤としての R.T. Vanderbilt 社からの VAROX パーオキサイドを含有した。

この熱可塑性配合物を圧縮成形してストリップにし、試験用のテープに押出した。次の結果が得られた：

試 験

押出適性： 優秀
 引張強さ： 935psi(6.4MPa)
 破断点伸び： 310 %
 引裂強さ： 531b/in(92.8N/cm)
 ショアー硬さ： 78 A

(a)、(b)および(c)の重量%は合計 100%である。他の添加剤もこの合計の重量%である。

実施例 5

成 分	重量%
(a) 実施例 3 と同じ (ATH)	50.26
(b) 実施例 3 と同じポリエステルエラストマー	14.37
(c) 実施例 3 と同じアクリルゴム	35.37
合 計	100.00 %

この配合物も 2.69%のカーボンブラック、0.43%の、実施例 3 で使用した安定剤パッケージおよび 0.29%の VAROX パーオキサイド硬化剤も含有した。

配合し、試験して次の結果が得られた：

試 験

引張強さ： 893psi(6.16MPa)
 破断点伸び： 290 %
 引裂強さ： 41.11b/in(72N/cm)
 押出適性： 優秀
 極限酸素指数： 35 %

煙試験： 煙なし
 ハロゲン含量： 0.00752 %

実施例 6

成 分	重量%
(a) 上記の実施例 3 と同じ (ATH)	53.63
(b) 実施例 3 と同じポリエステルエラストマー	13.38
(c) 実施例 3 と同じアクリルエラストマー	32.99
合 計	100.00 %

この配合物も 2.59 % のカーボンブラック、0.57 % のビニルシラン離型剤、0.40 % の、実施例 3 で使用した安定剤パッケージおよび 0.26 % の VAROX パーオキサイド硬化剤を含有した。

配合し、試験して次の結果が得られた：

試 験

引張強さ：	1062psi(7.32MPa)
破断点伸び：	270 %
引裂強さ：	28.81b/in(50.4N/cm)
押出適性：	優秀

した。配合物の押出には若干の困難があつた次の性質が得られた：

ハロゲン含量：	0.00697 %
引張強さ：	2055psi(14.17MPa)
伸び：	120 %
引裂強さ：	35.51b/in(62.17N/cm)
極限酸素指数：	31 %
ショアー硬さ：	93 A
煙試験：	煙なし、低毒性

実施例 9

エチレン-アクリレートゴムの代りにエチレン-プロピレン-ヘキサジエンターポリマーエラストマーを使用したのを除いて実施例 6 と同様な配合物を製造した。この熱可塑性配合物で次の性質が観測された。

熱可塑性押出適性：	優秀
引張強さ：	1091psi(7.52MPa)
伸び：	130 %
ショアー硬さ：	90 A
引裂強さ：	311b/in(54.29N/cm)

極限酸素指数： -
 煙試験： 煙なし

ハロゲン含量 0.00697 %

実施例 7

硬さ 40 D、比重 1.16 および 560 % の伸びを有するポリエステルエラストマーを使用し、実施例 4 と同じ方法によつて配合物を製造した。重量% は実施例 5 と同じである。充填剤添加エラストマーから製造した熱可塑性配合物の性質は次の通りである：

試 験

引張強さ：	622psi(4.29MPa)
伸び率%：	355 %
引裂強さ：	42.61b/in(74.6N/cm)
押出適性：	優秀
煙試験：	煙なし
ハロゲン含量：	0.00752 %

実施例 8

本実施例で ATH の代りに酸化マグネシウムを使用したのを除いて実施例 6 と同様な配合物を製造

煙試験： 低煙、低毒性
 ハロゲン含量： 0.00697 %

実施例 10

実験用 Banbury 中において次の成分を含有する配合物を製造した。

成 分	重量%
実施例 3 で使用したエチレン-アクリレートゴム	30.8
実施例 3 で使用したポリエステルエラストマー	15.4
実施例 3 で使用した ATH	51.6
タルク	2.2
合 計	100.00 %

この配合物は、7.6 % のカーボンブラック、0.27 % のビニルシラン離型剤、0.15 % の VAROX 硬化剤および 0.46 % の、実施例 4 で使用した安定剤パッケージも含有した。

試験したとき、この配合した充填剤添加エラストマー配合物は、熱可塑性物質と同様に押出され、そして、次の性質を有した：

ハロゲン含量:	0.00767 %
引張強さ:	1167psi(8.05MPa)
破断点伸び:	165 %
引裂強さ:	451b/in(78.81N/cm)
ショアー硬さ:	79 A
極限酸素指数:	31 %
煙試験:	煙なし
押出適性:	優秀

実施例 1 1

実験用 Banbury 中において実施例 4 と同様な配合物を製造した、但し、この実施例では上記の実施例で使用したポリエステルエラストマーの代りに 60 のショアー D、硬さ 6100 psi の引張強さ、400 % の破断点伸びおよび 1.24 の比重を有する他のポリエステルを使用した。次の性質が得られた:

ハロゲン含量:	0.00786 %
引張強さ:	1129psi(7.78MPa)
破断点伸び:	190 %
引裂強さ:	361b/in(63N/cm)

押出適性: 優秀

実施例 1 3

アクリルゴムを、比重 1.12、破断点伸び 1300 % およびムーニー粘度 212 °F で 29 ML (1 + 4) を有するエチレンメチルアクリレートコポリマーに代えたのを除いて実施例 4 と同様な配合物を製造した。次の性質を有する結果が得られた:

引張強さ:	1012psi(6.98MPa)
押出適性:	優秀
伸び:	170 %
ハロゲン含量:	0.00786 %
ショアー硬さ:	84 A
引裂強さ:	311b/in(54.29N/cm)
煙試験:	煙なし
極限酸素指数:	33 %

実施例 1 4

次の成分を使用して実施例 3 の方法によつて配合物を製造した。

成 分	重量%
実施例 1 2 で使用した ATH	52.5

ショアー硬さ:	80 A
極限酸素指数:	32 %
煙試験:	煙なし
押出適性:	優秀

実施例 1 2

実験用 Banbury 中において次の 2 つを変えて実施例 4 と同様な配合物を製造した。実施例 4 で使用した ATH の代りに 0.5 μm の平均粒度、7 m²/g の BET 表面積を有し、アクリルゴムの表面処理をした ATH を使用した。さらに、ポリエステルエラストマーは、Banbury に導入する前に 20 メッシュ粉末に粉碎した。充填剤添加配合物で次の性質が得られた:

ハロゲン含量:	0.00786 %
引張強さ:	1543psi(10.64MPa)
破断点伸び:	205 %
引裂強さ:	311b/in(54.29N/cm)
ショアー硬さ:	84 A
極限酸素指数:	32 %
煙試験:	煙なし

実施例 3 で使用したポリエステルエラストマー 15.8

実施例 3 で使用したアクリルエラストマー 31.7

合 計 100.00 %

さらに、この配合物は、7.44 % のカーボンブラック、0.28 % のビニルシラン離型剤、0.31 % のステアリン酸加工助剤、0.15 % の、Humko Products 社からの Kemamine 990 D 離型剤、2.22 % の、Uniroyal 社からの Nauguard 455 酸化防止剤、0.555 % の DLTDP 二次酸化防止剤、0.155 % の、R.T. Vanderbilt 社からの硬化剤としての VAROX 粉末を含有した。これらは上記配合物 100 % の重量に基づく。この配合物をテープに押出するかまたはブラックに圧縮成形したとき次の性質を有する:

引張強さ:	1389psi(9.58MPa)
伸び:	200 %
押出適性:	優秀
成形適性:	優秀
引裂強さ:	401b/in(70.05N/cm)

ショアー硬さ：	84 A
極限酸素指数：	34 %
燐試験：	燐なし
ハロゲン含量：	0.00 %

実施例 1 5

5 2.5 %の表面処理 ATH を、5 0.3 %の同じ ATH および 2.2 %の Entall 5 0 0 タルクに置換えたのを除いて実施例 1 4 と同様に配合物を製造した。この配合物で次の性質が得られた：

引張強さ：	1397psi(9.63MPa)
破断点伸び：	245 %
ショアー硬さ：	84 A
引裂強さ：	431b/in(75.3N/cm)
極限酸素指数：	30 %
押出適性：	優秀
成形適性：	優秀
燐試験：	燐なし
ハロゲン含量：	0.00 %

実施例 1 6

実施例 4 で製造した配合物を、直径 2 1/2" の押

それ 1 7 0 3、1 6 8 3、1 6 9 0、1 6 7 7 および 1 9 5 3 psi (1 1.7 4、1 1.6 0、11.65、1 1.5 6 および 1 3.4 7 MPa) に増加した。

実施例 1 9

実施例 4 で使用したアクリルエラストマー 34.0 %、実施例 4 で使用したポリエステルエラストマー 1 6.0 % および Charguard 3 2 9 難燃性充填剤 5 0.0 % を含有する配合物を製造した。重量%は合計で 1 0 0 % になる。次いで、この配合物が 2 重量%の Nauguard 4 4 5 酸化防止剤、0.5 %の Irganox 1 0 1 0、0.5 %の DLTDP 二次酸化防止剤、2.7 %のカーボンブラックおよび 0.1 4 %の VAROX 硬化剤を含有するように改質した。試験したときこの配合物はすぐれた機械的性質を示し、燃焼させたとき難燃性、かつ、低煙性であつた。

実施例 2 0

実施例 4 で使用した ATH 5 0 %、1.0 1 の比重 1 7 3 °C の融点、3 2 5 °C および 1 kg で、2 mm ダイを使用したメルトインデックス 3 8 / 1 0 分および 3 8 0 % の伸びを有するポリアミドエラスト

出機および圧縮比 3 : 1 を有するバリヤースクリューを使用し、3 6 0 ミル (9.1 4 mm) O.D. ワイヤー上に押出した。このケーブルジャケットは 4 0 ミルの厚さおよび 1.9 3 : 1 の延伸比を有した。溶融温度は 3 8 0 °F (1 9 3 °C) であつた。

実施例 1 7

実施例 4、7、1 5 で製造した配合物を、400 °F (2 0 4 °C) の温度および 3 0,0 0 0 psi (2 0 6.8 MPa) の圧力で圧縮成形金型中において厚さ 7 5 ミル (1.9 mm) のシートに圧縮成形した。このシートは航空機または艦船のパネル用として使用できる。

実施例 1 8

実施例 1 2 で製造した配合物を次のダステイング剤 0.5 % を使用して粉付けした：Engelhard 社からの Entall 5 0 0、H.M. Royal 社からの Vertal タルク、Cyprus 社からの Mistrion Vapor F A 7 5 0 高密度ポリエチレン粉末、および Calgon 社からの Maglite D 酸化マグネシウム粉末。引張強さは、これらのダステイング剤でそれ

マー 1 5 % および実施例 9 で使用したエチレン-プロピレン-ジエンターポリマーエラストマーを含有する配合物を実験用 Banbury 中で製造した。この配合物は、また、2 % Nauguard 4 4 5、0.5 %の Irganox 1 0 1 0、0.5 % DLTDP および 0.14 %の VAROX 硬化剤も含有した。試験したとき、この配合物はすぐれた機械的性質を示し、燃焼させたとき難燃性であり、かつ、低煙性であつた。

実施例 2 1

実施例 4 で使用した ATH 5 0 %、実施例 4 で使用したポリエステルエラストマー 1 5 %、および、比重 1.0 1、融点 1 4 8 °C、2 3 5 °C および 1 kg で 2 mm ダイを使用して 9 8 / 1 0 分のメルトインデックス および 7 1 5 % の伸びを有する他のポリアミドエラストマー 3 5 % を含有する配合物を製造した。この配合物には、また、2 %の Nauguard 4 4 5、0.5 %の Irganox 1 0 1 0 および 0.5 %の DLTDP も含有した。試験したときこの配合物はすぐれた機械的性質を示し、燃焼させたとき難燃性、かつ、低煙性であつた。

第1頁の続き

⑤Int.Cl.⁴

識別記号

・ 室内整理番号

C 08 L 101/00
H 01 B 3/30

LSY

7445-4 J

H 01 B 3/30

N-8222-5E

(7)発明者 チャールズ デインズ アメリカ合衆国テキサス州シュガー ランド，レイクフイ
シエツド ールド ブルーバード 3406

シエツド

—ルド ブルーバード 3406

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.